

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

PCT/JP2004/000116

09. 1. 2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2003年 5月 2日

出 願 番 号  
Application Number: 特願2003-127078  
[ST. 10/C]: [JP2003-127078]

REC'D 27 FEB 2004

WIPO

PCT

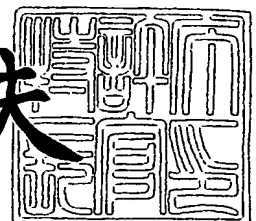
出 願 人  
Applicant(s): 住友特殊金属株式会社

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 2月13日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



BEST AVAILABLE COPY

出証番号 出証特2004-3009030

【書類名】 特許願

【整理番号】 03P083SM

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 H01F 1/053

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府三島郡島本町江川 2 丁目 1 5 番 1 7 号 住友特殊  
金属株式会社 山崎製作所内

【氏名】 吉村 公志

【特許出願人】

【識別番号】 000183417

【氏名又は名称】 住友特殊金属株式会社

【代理人】

【識別番号】 100087745

【弁理士】

【氏名又は名称】 清水 善廣

【選任した代理人】

【識別番号】 100098545

【弁理士】

【氏名又は名称】 阿部 伸一

【選任した代理人】

【識別番号】 100106611

【弁理士】

【氏名又は名称】 辻田 幸史

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2003- 4694

【出願日】 平成15年 1月10日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 070140

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9900287

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 耐酸化性希土類系磁石粉末およびその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 顔料を主たる構成成分とする被着層を表面に有してなることを特徴とする耐酸化性希土類系磁石粉末。

【請求項 2】 顔料が無機顔料であることを特徴とする請求項 1 記載の耐酸化性希土類系磁石粉末。

【請求項 3】 無機顔料がカーボンブラックであることを特徴とする請求項 2 記載の耐酸化性希土類系磁石粉末。

【請求項 4】 顔料が有機顔料であることを特徴とする請求項 1 記載の耐酸化性希土類系磁石粉末。

【請求項 5】 有機顔料がインダンスレン系顔料またはフタロシアニン系顔料であることを特徴とする請求項 4 記載の耐酸化性希土類系磁石粉末。

【請求項 6】 顔料の平均粒径（長径）が  $0.01\mu\text{m} \sim 0.5\mu\text{m}$  であることを特徴とする請求項 1 乃至 5 のいずれかに記載の耐酸化性希土類系磁石粉末。

【請求項 7】 希土類系磁石粉末の平均粒径（長径）が  $200\mu\text{m}$  以下であることを特徴とする請求項 1 乃至 6 のいずれかに記載の耐酸化性希土類系磁石粉末。

【請求項 8】 希土類系磁石粉末が HDDR 磁石粉末であることを特徴とする請求項 7 記載の耐酸化性希土類系磁石粉末。

【請求項 9】 希土類系磁石粉末と顔料含有処理液を混合した後、顔料含有処理液が表面に付着した希土類系磁石粉末を乾燥することを特徴とする顔料を主たる構成成分とする被着層を表面に有してなる耐酸化性希土類系磁石粉末の製造方法。

【請求項 10】 希土類系磁石粉末と顔料含有処理液を混合した後、濾過を行って顔料含有処理液が表面に付着した希土類系磁石粉末を取得することを特徴とする請求項 9 記載の製造方法。

【請求項 11】 顔料含有処理液中における顔料の含有量が 5 重量%～33 重量%であることを特徴とする請求項 9 または 10 記載の製造方法。

【請求項 12】 顔料含有処理液が有機分散媒を含有してなることを特徴とする請求項 9 乃至 11 のいずれかに記載の製造方法。

【請求項 13】 請求項 1 記載の耐酸化性希土類系磁石粉末と樹脂バインダとからなることを特徴とする希土類系ボンド磁石用コンパウンド。

【請求項 14】 請求項 13 記載の希土類系ボンド磁石用コンパウンドを用いて所定形状に成形されてなることを特徴とする希土類系ボンド磁石。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、耐酸化性に優れるとともに高い磁気特性を示す希土類系ボンド磁石を製造するために有用な、耐酸化性希土類系磁石粉末およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

Nd-Fe-B 系磁石粉末に代表される R-Fe-B 系磁石粉末などの希土類系磁石粉末を、バインダとして熱可塑性樹脂や熱硬化性樹脂などを用いて所定形状に成形することで製造される希土類系ボンド磁石は、樹脂バインダを含有しているために希土類系焼結磁石に比較すれば磁気特性が低くなるものの、フェライト磁石などに比べればなお十分に高い磁気特性を有しており、また、複雑形状や薄肉形状の磁石やラジアル異方性磁石を容易に得ることができるといった希土類系焼結磁石にはない特徴を持っている。従って、希土類系ボンド磁石は、特にスピンドルモータやステッピングモータなどの小型モータに多く用いられ、近年、その需要が増加している。

希土類系磁石粉末は高い磁気特性を有するが、R や Fe が組成の大半を占めることから腐食や酸化を起しやすいという問題がある。そのため、希土類系ボンド磁石の製造においては、まず、希土類系磁石粉末を、溶解もしくは溶融（軟化）させた樹脂バインダと混合して磁石粉末の表面が樹脂バインダで被覆されたコンパウンドと呼ばれる粉末顆粒状原料を調製した後、このコンパウンドを射出成形や圧縮成形や押出成形し、用いる樹脂バインダが熱硬化性樹脂である場合にはさ

らに加熱して樹脂バインダを硬化させることで所定形状に成形して製品化される。しかしながら、このようにして製品化された希土類系ボンド磁石であっても、その表面に希土類系磁石粉末が露出していると、わずかな酸やアルカリや水分などの存在によって磁石粉末が腐食して錆が発生したり、100℃程度の大気中でも酸化が進行したりするので、例えば部品組み込み後に磁気特性の劣化やばらつきを招くことがある。また、樹脂バインダとして汎用されているエポキシ樹脂やナイロン樹脂などは水分や酸素の透過性を有する。従って、これらの樹脂を樹脂バインダに用いた希土類系ボンド磁石においては、樹脂を透過した水分や酸素で希土類系磁石粉末が腐食したり酸化したりする可能性があることを否定できない。さらに、希土類系磁石粉末が腐食や酸化を起しやすいことに鑑みれば、射出成形を行う場合には混練成形時の温度条件に配慮する必要があるし、圧縮成形を行う場合には成形後の硬化処理を不活性ガス雰囲気中や真空中で行う必要がある。

#### 【0003】

以上のような問題を解消すべく、例えば、下記の特許文献1において、希土類系磁石粉末の表面に、リン酸塩の被覆処理を施し、リン酸塩被膜で表面被覆された希土類系磁石粉末を用いて所定形状に成形することによる酸化劣化を防止した希土類系ボンド磁石の製造方法が提案されている。

#### 【0004】

##### 【特許文献1】

特開昭64-11304号公報

#### 【0005】

##### 【発明が解決しようとする課題】

上記の特許文献1に記載された方法は、比較的低コストで高効率に希土類系磁石粉末に耐酸化性を付与することができることから、耐酸化性に優れた希土類系ボンド磁石を製造することができる方法として注目に値するものである。しかしながら、リン酸塩被膜は、リン酸塩被膜処理液成分と磁石粉末成分とが磁石粉末表面において化学反応することにより形成されるものであるため、その反応過程において、処理液中に磁石粉末の構成成分であるRやFeが溶出してしまうことで磁石粉末の表面付近（表面から深さ0.1μm程度）が変質して磁石粉末の磁

気特性が劣化するという問題がある。また、このような磁石粉末を用いて所定形状に成形した希土類系ボンド磁石は、酸化による磁気特性の経時変化が大きいという問題がある。この現象は、ボンド磁石の成形時、磁石粉末の流れ性不足に起因して成形圧力により磁石粉末が割れたりし、酸化しやすい粒子破面が露出することなどによると推察される。これらの問題は、昨今における希土類系ボンド磁石に要求される高性能化の観点からは無視できない問題であり、早期に解決すべきものである。

そこで本発明は、耐酸化性に優れるとともに高い磁気特性を示す希土類系ボンド磁石を製造するために有用な、耐酸化性希土類系磁石粉末およびその製造方法を提供することを目的とする。

#### 【0006】

##### 【課題を解決するための手段】

上記の技術背景に基づいてなされた本発明の耐酸化性希土類系磁石粉末は、請求項1記載の通り、顔料を主たる構成成分とする被着層を表面に有してなることを特徴とする。

また、請求項2記載の耐酸化性希土類系磁石粉末は、請求項1記載の耐酸化性希土類系磁石粉末において、顔料が無機顔料であることを特徴とする。

また、請求項3記載の耐酸化性希土類系磁石粉末は、請求項2記載の耐酸化性希土類系磁石粉末において、無機顔料がカーボンブラックであることを特徴とする。

また、請求項4記載の耐酸化性希土類系磁石粉末は、請求項1記載の耐酸化性希土類系磁石粉末において、顔料が有機顔料であることを特徴とする。

また、請求項5記載の耐酸化性希土類系磁石粉末は、請求項4記載の耐酸化性希土類系磁石粉末において、有機顔料がインダンスレン系顔料またはフタロシアニン系顔料であることを特徴とする。

また、請求項6記載の耐酸化性希土類系磁石粉末は、請求項1乃至5のいずれかに記載の耐酸化性希土類系磁石粉末において、顔料の平均粒径（長径）が0.01  $\mu\text{m}$  ~ 0.5  $\mu\text{m}$ であることを特徴とする。

また、請求項7記載の耐酸化性希土類系磁石粉末は、請求項1乃至6のいずれ

かに記載の耐酸化性希土類系磁石粉末において、希土類系磁石粉末の平均粒径（長径）が  $200\text{ }\mu\text{m}$  以下であることを特徴とする。

また、請求項 8 記載の耐酸化性希土類系磁石粉末は、請求項 7 記載の耐酸化性希土類系磁石粉末において、希土類系磁石粉末が HDDR 磁石粉末であることを特徴とする。

また、本発明の顔料を主たる構成成分とする被着層を表面に有してなる耐酸化性希土類系磁石粉末の製造方法は、請求項 9 記載の通り、希土類系磁石粉末と顔料含有処理液を混合した後、顔料含有処理液が表面に付着した希土類系磁石粉末を乾燥することを特徴とする。

また、請求項 10 記載の製造方法は、請求項 9 記載の製造方法において、希土類系磁石粉末と顔料含有処理液を混合した後、濾過を行って顔料含有処理液が表面に付着した希土類系磁石粉末を取得することを特徴とする。

また、請求項 11 記載の製造方法は、請求項 9 または 10 記載の製造方法において、顔料含有処理液中における顔料の含有量が 5 重量%～33 重量%であることを特徴とする。

また、請求項 12 記載の製造方法は、請求項 9 乃至 11 のいずれかに記載の製造方法において、顔料含有処理液が有機分散媒を含有してなることを特徴とする。

また、本発明の希土類系ボンド磁石用コンパウンドは、請求項 13 記載の通り、請求項 1 記載の耐酸化性希土類系磁石粉末と樹脂バインダとからなることを特徴とする。

また、本発明の希土類系ボンド磁石は、請求項 14 記載の通り、請求項 13 記載の希土類系ボンド磁石用コンパウンドを用いて所定形状に成形されてなることを特徴とする。

#### 【0007】

#### 【発明の実施の形態】

本発明の耐酸化性希土類系磁石粉末は、例えば、希土類系磁石粉末と顔料含有処理液を混合した後、顔料含有処理液が表面に付着した希土類系磁石粉末を乾燥することにより製造することができる。



## 【0008】

顔料含有処理液の調製方法としては、例えば、アンモニアなどでpHを6.5～9.0に調整した弱アルカリ性水に顔料を分散させる方法が挙げられる。処理液のpHを6.5～9.0に調整するのは、処理液による希土類系磁石粉末の腐食を防止するためである。処理液の粘度は、良好な取扱性を確保するといった観点から、2 cP～50 cPが望ましい。なお、顔料含有処理液は、エチルアルコールやイソプロピルアルコールなどの有機溶媒に顔料を分散させたものであってもよい。

## 【0009】

顔料としては、無機顔料と有機顔料のいずれの顔料も用いることができる。無機顔料としては、カーボンブラックの他、二酸化チタン、酸化鉄、酸化クロム、酸化亜鉛、アルミナ、硫化亜鉛、タルク、マイカ、炭酸カルシウムなどが挙げられる。有機顔料としては、インダンスレン系顔料の他、アゾ系、フタロシアニン系、キナクリドン系、アントラキノン系、ジオキサジン系、インジゴ系、チオインジゴ系、ペリノン系、ペリレン系、イソインドレン系、アゾメチンアゾ系、ジケトピロピロール系の顔料などが挙げられる。

## 【0010】

顔料の平均粒径（長径）は、顔料含有処理液中における顔料の均一分散性を確保するといった観点から、0.01  $\mu\text{m}$ ～0.5  $\mu\text{m}$ が望ましい。平均粒径が0.01  $\mu\text{m}$ 未満であると、その製造が困難であるとともに処理液中で凝集しやすくなって取扱性に劣る一方、平均粒径が0.5  $\mu\text{m}$ を超えると、処理液中における比重が大きくなってしまったり沈降してしまったりする恐れがある。

## 【0011】

処理液中における顔料の含有量は、5重量%～33重量%が望ましい。含有量が5重量%未満であると、十分量の顔料からなる被着層が希土類系磁石粉末の表面に形成されず、優れた耐酸化性を磁石粉末に付与することができなくなる恐れがある一方、含有量が33重量%を超えると、処理液中で顔料が凝集や沈降してしまい、その分散性が悪化する恐れがあるからである。なお、処理液中における顔料の含有量は、より望ましくは10重量%～30重量%である。

## 【0012】

顔料含有処理液には有機分散媒を添加することが望ましい。有機分散媒は、処理液中での顔料の凝集や沈降を抑制する目的で使用されるものである。有機分散媒としては、アニオン性分散媒（脂肪族系多価カルボン酸、ポリエーテルポリエステルカルボン酸塩、高分子ポリエステル酸ポリアミン塩、高分子量ポリカルボン酸長鎖アミン塩など）、非イオン性分散媒（ポリオキシエチレンアルキルエーテルやソルビタンエステルなどのカルボン酸塩やスルホン酸塩やアンモニウム塩など）、高分子分散媒（水溶性エポキシのカルボン酸塩やスルホン酸塩やアンモニウム塩など、スチレン-アクリル酸共重合物、ニカワなど）が、上記の目的の観点から、また、顔料との親和性やコストの観点などから好適に用いられる。

## 【0013】

処理液中への有機分散媒の添加量は、9重量%～24重量%が望ましい。添加量が9重量%未満であると、顔料の分散性が低下する恐れがある一方、24重量%を超えると、処理液の粘性が高くなりすぎて取扱性に劣る恐れがあるからである。

## 【0014】

耐酸化性希土類系磁石粉末は、例えば、以上のようにして調製された顔料含有処理液に、希土類系磁石粉末を浸漬して混合攪拌した後、顔料含有処理液が表面に付着した希土類系磁石粉末を濾取してからこれを乾燥して製造することができる。顔料含有処理液に希土類系磁石粉末を浸漬して混合攪拌する時間は、希土類系磁石粉末量などにも依存するが、概ね1分～20分である。顔料含有処理液が表面に付着した希土類系磁石粉末を濾取する際、減圧濾過や加圧濾過を行えば、磁石粉末の表面に顔料をより強固に吸着せしめることができる。磁気特性の劣化を招くことなく希土類系磁石粉末に耐酸化性を付与するためには、乾燥は、自然乾燥または不活性ガス（窒素ガスやアルゴンガスなど）雰囲気中や真空中80℃～120℃加熱乾燥が望ましい。加熱乾燥を採用する場合の乾燥時間は、希土類系磁石粉末量などにも依存するが、概ね20分～2時間である。濾取した顔料含有処理液が表面に付着した希土類系磁石粉末が凝集塊となっている場合には予め

解砕してから乾燥することが望ましい。

【0015】

以上のようにして希土類系磁石粉末の表面に形成された顔料を主たる構成成分とする被着層は、優れた耐酸化性を磁石粉末に付与するものであるが、リン酸塩被膜のように、磁石粉末成分が関与する化学反応に基づいて形成されたものではなく、ナノメートルオーダーの顔料微粒子が分子間力で磁石粉末の表面に吸着して形成されたものであるので、その形成過程において、処理液中に磁石粉末の構成成分である R や Fe が溶出してしまうことで磁石粉末の表面付近が変質して磁石粉末の磁気特性が劣化するといった問題などがない。従って、本発明の耐酸化性希土類系磁石粉末を用いれば、耐酸化性に優れるとともに高い磁気特性を示す希土類系ボンド磁石を製造することができる。

さらに、本発明の耐酸化性希土類系磁石粉末を用いて製造された希土類系ボンド磁石が耐酸化性に優れるのは、磁石粉末が耐酸化性に優れることによるだけでなく、通常、ボンド磁石の成形時においては、磁石粉末の流れ性不足に起因して成形圧力により磁石粉末が割れたりすることがあるが、本発明の耐酸化性希土類系磁石粉末を用いた場合には、磁石粉末の表面に形成された被着層を構成する顔料粒子が、ボンド磁石の成形時における磁石粉末の流れ性を改善する潤滑作用を発揮することで、成形圧力による磁石粉末の割れなどが抑制されていることにもよると推測される。

また、希土類系ボンド磁石の成形方法として、圧縮成形方法や、圧縮成形と圧延成形を組み合わせた成形方法（例えば、F.Yamashita, Applications of Rare-Earth Magnets to the Small motor industry, pp.100-111, Proceedings of the seventeenth international workshop, Rare Earth Magnets and Their Applications, August 18-22, 2002, Newark, Delaware, USA, Edited by G.C. Hadji panayis and M.J.Bonder, Rinton Pressを参照）などを採用した場合、通常、製造されたボンド磁石の表面には無数の空孔部が存在するが、本発明の耐酸化性希土類系磁石粉末を用いて製造された希土類系ボンド磁石においては、そのような空孔部を、磁石粉末の表面に形成された被着層を構成する顔料粒子が封孔するという効果があり、このことも本発明の耐酸化性希土類系磁石粉末を用いて製造さ

れた希土類系ボンド磁石が耐酸化性に優れることに寄与していると考えられる。

#### 【0016】

上記の特許文献1に記載されているリン酸塩被膜処理液を用いた場合に起る、希土類系磁石粉末の表面付近が変質するといった現象は、とりわけ、平均粒径（長径）が小さい（例えば $200\mu\text{m}$ 以下）磁石粉末に対して磁気特性の劣化を顕著に引き起こすことになる。しかしながら、本発明によれば、平均粒径（長径）が小さい希土類系磁石粉末、例えば、平均粒径が $80\mu\text{m}\sim 100\mu\text{m}$ 程度の、希土類系磁石合金を水素中で加熱して水素を吸蔵させた後、脱水素処理し、次いで冷却することによって得られる磁氣的異方性のHDDR（Hydrogenation-Disproportionation-Desorption-Recombination）磁石粉末（特公平6-82575号公報参照）などに対しても、磁気特性の劣化を引き起こすことなく優れた耐酸化性を付与することができる。なお、希土類系磁石粉末は、予め、自体公知の方法によって酸洗や脱脂や洗浄などの前処理が施されたものであってもよい。

#### 【0017】

##### 【実施例】

以下、本発明を実施例によってさらに詳細に説明するが、本発明はこれに限定して解釈されるものではない。なお、以下の実施例は、高周波溶解によって組成：Nd 12.8原子%，Dy 1.0原子%，B 6.3原子%，Co 14.8原子%，Ga 0.5原子%，Zr 0.09原子%，残部Feの鋳塊を作製し、アルゴンガス雰囲気中で $1100^{\circ}\text{C}\times 24$ 時間焼鈍したものを酸素濃度0.5%以下のアルゴンガス雰囲気中で粉碎して平均粒径 $100\mu\text{m}$ の粉碎粉としてからこれを $0.15\text{MPa}$ の水素ガス加圧雰囲気中で $870^{\circ}\text{C}\times 3$ 時間の水素化熱処理を行い、その後、減圧（ $1\text{kPa}$ ）アルゴンガス流気中で $850^{\circ}\text{C}\times 1$ 時間の脱水素処理を行ってから冷却して製造したHDDR磁石粉末（平均結晶粒径 $0.4\mu\text{m}$ ）を用いて行った。

#### 【0018】

##### 実施例A：

##### 実験1：耐酸化性HDDR磁石粉末の製造

顔料として無機顔料であるカーボンブラック（平均粒径 $0.08\mu\text{m}$ ）を17

重量%と有機分散媒として水溶性エポキシのカルボン酸塩を15重量%含み、アンモニアでpHを7.2に調整して水性処理液(粘度10cP)を調製した。

50mlの処理液にHDDR磁石粉末50gを室温で3分間浸漬して混合攪拌した後、処理済磁石粉末を水流アスピレータを用いて30秒間減圧濾過を行って濾取し、その後、真空中100℃で1時間加熱乾燥した。得られた凝集塊を乳鉢で解砕することで、カーボンブラックを主たる構成成分とする被着層を表面に有してなる黒色の耐酸化性HDDR磁石粉末を製造した。

このようにして製造された耐酸化性HDDR磁石粉末1gに対し、大気中150℃で100時間加熱する加熱試験を行い、試験前に対する試験後における酸化による重量増加率を測定した。結果を表1に示す。

#### 【0019】

#### 実験2：ボンド磁石の製造とその特性

エポキシ樹脂とフェノール系硬化剤を重量比率で100：3の割合でメチルエチルケトンに溶解して樹脂液を調製した。実験1で製造した耐酸化性HDDR磁石粉末と樹脂液を、耐酸化性HDDR磁石粉末と樹脂液の合計重量に対する樹脂液の重量の比率が3%となるように均一混合した後、メチルエチルケトンを常温で蒸発させて粉末顆粒状の希土類系ボンド磁石用コンパウンドを得た。得られた希土類系ボンド磁石用コンパウンドを、圧縮成形(100℃温間磁場中成形、 $H_{ex}=0.96\text{ MA/m}$ 、 $0.6\text{ GPa}$ )し、得られた成形体を150℃のアルゴンガス雰囲気中で1時間加熱してエポキシ樹脂を硬化させて、寸法が縦12.0mm×横7.6mm×高さ7.4mmで密度が $5.9\text{ g/cm}^3$ のボンド磁石を製造した。

こうして製造されたボンド磁石に対し、大気中150℃で100時間加熱する加熱試験を行い、試験前に対する試験後における酸化による重量増加率を測定した。また、ボンド磁石に対して着磁を行った後、大気中100℃で500時間加熱する加熱試験と大気中150℃で100時間加熱する加熱試験を行い、それぞれの加熱試験について、試験前に対する試験後における磁束劣化率(不可逆減磁率)を測定した。さらに、大気中150℃で100時間加熱する加熱試験を行ったボンド磁石については再着磁を行い、加熱試験前に対する再着磁後における磁

束劣化率（永久減磁率）を測定した。これらの結果を図1と図2と表2に示す。

#### 【0020】

実施例B:

実験1: 耐酸化性HDDR磁石粉末の製造

顔料として有機顔料であるインダンスレン（平均粒径 $0.06\mu\text{m}$ ）を17重量%と有機分散媒として水溶性エポキシのカルボン酸塩を15重量%含み、アンモニアでpHを7.2に調整して水性処理液（粘度15cP）を調製した。

この処理液を用いて実施例Aの実験1と同様にしてインダンスレンを主たる構成成分とする被着層を表面に有してなる藍色の耐酸化性HDDR磁石粉末を製造した。こうして製造された耐酸化性HDDR磁石粉末に対し、実施例Aの実験1と同様の加熱試験を行い、試験前に対する試験後における酸化による重量増加率を測定した。結果を表1に示す。

#### 【0021】

実験2: ボンド磁石の製造とその特性

実験1で製造した耐酸化性HDDR磁石粉末を用いて実施例Aの実験2と同様にしてボンド磁石を製造した。こうして製造されたボンド磁石に対し、実施例Aの実験2と同様の各種試験を行った。これらの結果を図1と図2と表2に示す。

#### 【0022】

実施例C:

実験1: 耐酸化性HDDR磁石粉末の製造

顔料として有機顔料である銅フタロシアニン（平均粒径 $0.06\mu\text{m}$ ）を17重量%と有機分散媒として水溶性エポキシのカルボン酸塩を15重量%含み、アンモニアでpHを7.2に調整して水性処理液（粘度17cP）を調製した。

この処理液を用いて実施例Aの実験1と同様にして銅フタロシアニンを主たる構成成分とする被着層を表面に有してなる藍色の耐酸化性HDDR磁石粉末を製造した。こうして製造された耐酸化性HDDR磁石粉末に対し、実施例Aの実験1と同様の加熱試験を行い、試験前に対する試験後における酸化による重量増加率を測定した。結果を表1に示す。

#### 【0023】

## 実験 2 : ボンド磁石の製造とその特性

実験 1 で製造した耐酸化性 HDDR 磁石粉末を用いて実施例 A の実験 2 と同様にしてボンド磁石を製造した。こうして製造されたボンド磁石に対し、実施例 A の実験 2 と同様の各種試験を行った。これらの結果を図 1 と図 2 と表 2 に示す。

### 【0024】

#### 実施例 D :

##### 実験 1 : 耐酸化性 HDDR 磁石粉末の製造

顔料として有機顔料であるインダンスレン (平均粒径  $0.06 \mu\text{m}$ ) を 17 重量%と有機分散媒としてアクリル重合系高分子分散媒を 15 重量%含んだエチルアルコール処理液 (粘度  $30 \text{ cP}$ ) を調製した。

この処理液を用いて実施例 A の実験 1 と同様にしてインダンスレンを主たる構成成分とする被着層を表面に有してなる藍色の耐酸化性 HDDR 磁石粉末を製造した。こうして製造された耐酸化性 HDDR 磁石粉末に対し、実施例 A の実験 1 と同様の加熱試験を行い、試験前に対する試験後における酸化による重量増加率を測定した。結果を表 1 に示す。

### 【0025】

## 実験 2 : ボンド磁石の製造とその特性

実験 1 で製造した耐酸化性 HDDR 磁石粉末を用いて実施例 A の実験 2 と同様にしてボンド磁石を製造した。こうして製造されたボンド磁石に対し、実施例 A の実験 2 と同様の各種試験を行った。これらの結果を図 1 と図 2 と表 2 に示す。

### 【0026】

#### 実施例 E :

##### 実験 1 : 耐酸化性 HDDR 磁石粉末の製造

顔料として無機顔料であるカーボンブラック (平均粒径  $0.08 \mu\text{m}$ ) を 17 重量%と有機分散媒としてアクリル重合系高分子分散媒を 15 重量%含んだエチルアルコール処理液 (粘度  $28 \text{ cP}$ ) を調製した。

この処理液を用いて実施例 A の実験 1 と同様にしてカーボンブラックを主たる構成成分とする被着層を表面に有してなる黒色の耐酸化性 HDDR 磁石粉末を製造した。こうして製造された耐酸化性 HDDR 磁石粉末に対し、実施例 A の実験

1と同様の加熱試験を行い、試験前に対する試験後における酸化による重量増加率を測定した。結果を表1に示す。

【0027】

実験2：ボンド磁石の製造とその特性

実験1で製造した耐酸化性HDDR磁石粉末を用いて実施例Aの実験2と同様にしてボンド磁石を製造した。こうして製造されたボンド磁石に対し、実施例Aの実験2と同様の各種試験を行った。これらの結果を図1と図2と表2に示す。

【0028】

比較例：

何らの表面処理も行っていないHDDR磁石粉末に対し、実施例Aの実験1と同様の加熱試験を行い、試験前に対する試験後における酸化による重量増加率を測定した。結果を表1に示す。また、何らの表面処理も行っていないHDDR磁石粉末を用いて実施例Aの実験2と同様にしてボンド磁石を製造した。こうして製造されたボンド磁石に対し、実施例Aの実験2と同様の各種試験を行った。これらの結果を図1と図2と表2に示す。

【0029】

【表1】

耐酸化性HDDR磁石粉末	重量増加率(%)
実施例A	0.05
実施例B	0.05
実施例C	0.06
実施例D	0.04
実施例E	0.04
比較例	0.30

【0030】



【表 2】

ボンド磁石	重量増加率(%)	100℃×500時間 磁束劣化率(%)	150℃×100時間 磁束劣化率(%)	再着磁後永久減磁率(%) (酸化による磁束劣化率)
実施例A	0.10	-11.0	-29.7	-4.4
実施例B	0.09	-9.8	-29.0	-4.0
実施例C	0.11	-11.2	-30.4	-4.6
実施例D	0.09	-12.0	-28.2	-4.2
実施例E	0.09	-10.3	-28.7	-4.5
比較例	0.32	-13.8	-36.6	-7.9

(n = 3)

## 【0031】

表1から明らかなように、実施例A～実施例Eにおいて製造された耐酸化性HDDR磁石粉末は、何らの表面処理も行っていないHDDR磁石粉末よりも酸化による重量増加率が遥かに少なく、これらの磁石粉末は耐酸化性に優れることがわかった。

また、図1と図2と表2から明らかなように、実施例A～実施例Eにおけるボンド磁石は、比較例におけるボンド磁石よりも酸化による重量増加率も磁束劣化率も少なかった。実施例A～実施例Eにおけるボンド磁石がこのような優れた特性を示すのは、優れた耐酸化性が付与されたHDDR磁石粉末を用いて所定形状に成形されていることに基づくものであるとともに、コンパウンド作製時や所定形状に成形する際の圧縮成形時や成形後においても、磁石粉末の割れなどによる表面損傷が抑制されていることで酸化が効果的に阻止されていることに基づくものである。また、これらのボンド磁石の表面を走査型電子顕微鏡にて観察すれば、その空孔部がボンド磁石の樹脂バイндаで固着した顔料粒子で封孔されていることを確認することができる。このような効果もこれらのボンド磁石が耐酸化性に優れることに寄与していると考えられる。

## 【0032】

## 【発明の効果】

本発明によれば、耐酸化性に優れるとともに高い磁気特性を示す希土類系ボンド磁石を製造するために有用な、耐酸化性希土類系磁石粉末およびその製造方法

が提供される。

【図面の簡単な説明】

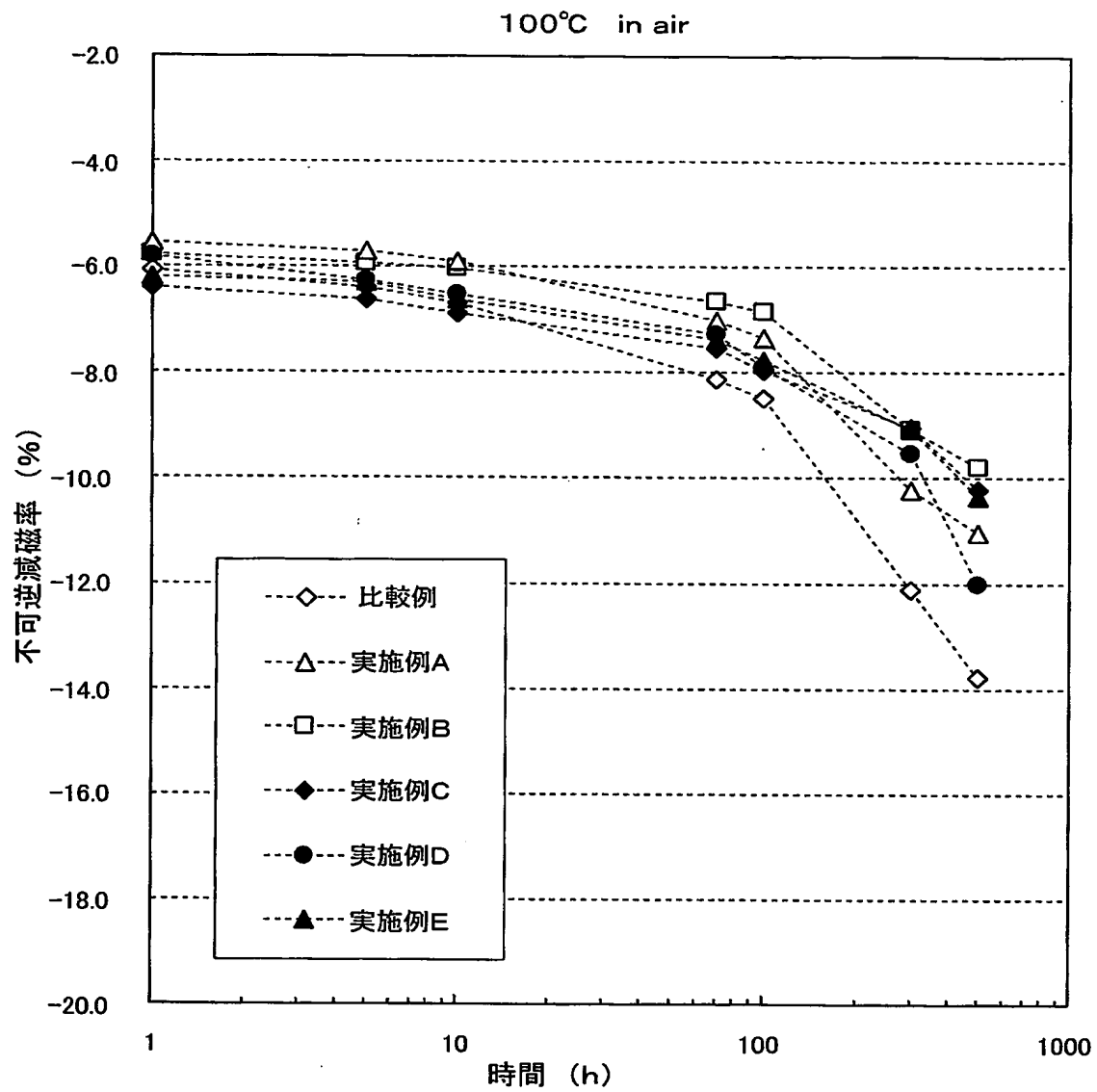
【図 1】 実施例における、大気中 1 0 0 ℃で 5 0 0 時間加熱する加熱試験による磁束劣化率（不可逆減磁率）の測定結果を示すグラフ。

【図 2】 同、大気中 1 5 0 ℃で 1 0 0 時間加熱する加熱試験における測定結果を示すグラフ。

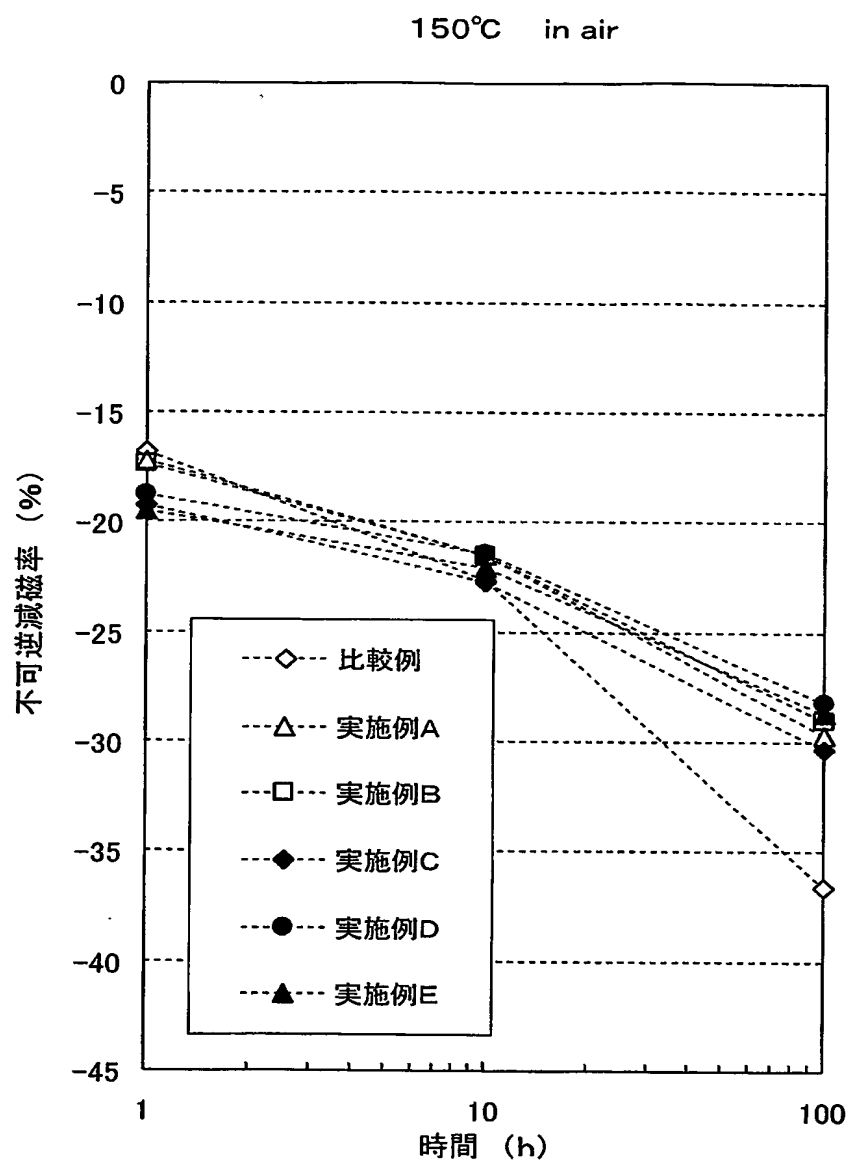
【書類名】

図面

【図1】



【図 2】



**【書類名】**

要約書

**【要約】**

**【課題】** 耐酸化性に優れるとともに高い磁気特性を示す希土類系ボンド磁石を製造するために有用な、耐酸化性希土類系磁石粉末およびその製造方法を提供すること。

**【解決手段】** 本発明の耐酸化性希土類系磁石粉末は、顔料を主たる構成成分とする被着層を表面に有してなることを特徴とするものであり、その製造方法は、希土類系磁石粉末と顔料含有処理液を混合した後、顔料含有処理液が表面に付着した希土類系磁石粉末を乾燥することを特徴とするものである。

**【選択図】** 図 1

## 認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2003-127078
受付番号	50300735221
書類名	特許願
担当官	末武 実 1912
作成日	平成15年 5月 8日

## &lt;認定情報・付加情報&gt;

【提出日】	平成15年 5月 2日
【特許出願人】	
【識別番号】	000183417
【住所又は居所】	大阪府大阪市中央区北浜4丁目7番19号
【氏名又は名称】	住友特殊金属株式会社
【代理人】	申請人
【識別番号】	100087745
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場2丁目14番4号 八城ビル3階
【氏名又は名称】	清水 善▲廣▼
【選任した代理人】	
【識別番号】	100098545
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場2丁目14番4号 八城ビル3階
【氏名又は名称】	阿部 伸一
【選任した代理人】	
【識別番号】	100106611
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場2丁目14番4号 八城ビル3階
【氏名又は名称】	辻田 幸史

次頁無

特願 2003-127078

ページ: 1/E

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[000183417]

1. 変更年月日

1990年 8月13日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府大阪市中央区北浜4丁目7番19号

氏 名

住友特殊金属株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☐ **FADED TEXT OR DRAWING**

☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☒ **OTHER:**

Punch Holes

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**